

**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**  
**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки**  
**Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова**  
**Сибирского отделения Российской академии наук**  
**(НАОХ СО РАН)**

**УТВЕРЖДАЮ**

Директор НАОХ СО РАН  
д.ф.-м.н., проф. Е.Г. Багрянская



04 / 2022 г.

**ПРОГРАММА**  
**КАНДИДАТСКОГО ЭКЗАМЕНА**

**дисциплина «АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

Одобрено Ученым советом НАОХ СО РАН  
Протокол № 3 от 12 04 2022

Новосибирск 20 22

Программа кандидатского экзамена по дисциплине «Аналитическая химия» по основной образовательной программе высшего образования – программе подготовки научных и научно-педагогических кадров в аспирантуре НИОХ СО РАН по научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия (химические науки) базируется на основополагающих разделах аналитической химии, включая современное состояние и тенденции развития аналитической химии, принципиальные основы химических, физических и биологических методов анализа, метрология и хемометрика, подходы к анализу конкретных объектов (требования к представительности пробы и правила ее отбора, адаптация существующих методов к объектам анализа в соответствии с поставленной задачей)

Разработчик: к.х.н. В.Д. Тихова, заведующая лабораторией микроанализа НИОХ СО РАН  
к.х.н. А.В. Сайко, заведующая Цеховой контрольно-аналитической лабораторией НИОХ СО РАН  
к.х.н. Ю.С. Сотникова, руководитель группы экологических исследований и хроматографического анализа НИОХ СО РАН, с.н.с.  
к.х.н. А.В. Ластовка, н.с. лаборатории микроанализа НИОХ СО РАН

## Оглавление

Вопросы программы кандидатского экзамена .....	4
1. Общие вопросы .....	4
2. Методы анализа.....	4
2.1. Химические методы.....	4
2.2. Физические методы.....	5
2.3. Биологические методы .....	6
2.4. Хроматографические методы.....	6
2.5. Другие методы разделения и концентрирования .....	7
3. Метрология и хемометрика.....	7
4. Анализ конкретных объектов.....	8
Основная литература .....	8
Дополнительная литература.....	9
Интернет-ресурсы .....	9

**Вопросы программы кандидатского экзамена  
по специальной дисциплине, соответствующей научной специальности**

1.4.2 – Аналитическая химия  
(шифр) (наименование)

**1. Общие вопросы**

1. Предмет аналитической химии. Цели и особенности аналитической химии и аналитической службы. Взаимосвязь аналитической химии с другими науками, значение для общества. Междисциплинарный характер современной аналитической химии. Аналитические задачи: обнаружение, идентификация, определение веществ.

2. Химические, физические и биологические методы аналитической химии. Методы обнаружения, идентификации, разделения и концентрирования, определения; гибридные и комбинированные методы. Методы прямые и косвенные.

3. Основные характеристики методов определения: коэффициент чувствительности, предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, воспроизводимость, правильность, селективность. Метод и методика.

4. Виды химического анализа: изотопный, атомный, структурно-групповой (функциональный), молекулярный, вещественный, фазовый. Макро-, микро-, ультрамикрoанализ. Специфичные свойства отдельных видов анализа: локальный, неразрушающий, дистанционный, непрерывный, внелабораторный (полевой).

**2. Методы анализа**

**2.1. Химические методы**

**2.1.1. Теоретические основы**

5. Количественные характеристики равновесий: термодинамическая и концентрационные константы, стандартный и формальный потенциалы, мольная доля компонента. Расчеты активностей и равновесных концентраций компонентов.

6. Кислотно-основное равновесие. Развитие представлений о кислотах и основаниях. Краткий исторический аспект. Использование протолитической теории Брестеда-Лоури для описания кислотно-основных равновесий. Растворители и их свойства: классификация. Влияние свойств растворителей на равновесие кислотно-основных реакций. Константы кислотности и основности. Буферные растворы. Понятие буферной емкости. Вычисление рН различных кислотно-основных систем.

7. Комплексообразование. Типы комплексных соединений, используемых в химическом анализе. Ступенчатое комплексообразование. Константы устойчивости и их расчет в зависимости от условий реакций комплексообразования. Инертные и лабильные комплексы. Примеры использования комплексов в аналитических целях.

8. Окислительно-восстановительное равновесие. Обратимые и необратимые реакции. Уравнение Нернста. Методы измерения потенциалов. Константы равновесия. Механизм окислительно-восстановительных реакций. Каталитические, автокаталитические, сопряженные и индуцированные окислительно-восстановительные реакции. Влияние комплексообразования и осаждения на формальный потенциал. Примеры использования реакций комплексообразования в аналитических целях.

9. Процессы осаждения. Равновесия в системе жидкость - твердая фаза. Константы равновесия; растворимость. Условия образования и свойства кристаллических и аморфных осадков. Коллоидные системы. Загрязнения и условия получения чистых осадков. Принципы вычисления растворимости при наличии конкурирующего равновесия.

10. Органические реагенты в химическом анализе. Функционально-аналитические группы. Влияние структуры органических реагентов на их свойства. Теоретические основы взаимодействия органических реагентов с ионами металлов.

### *2.1.2. Гравиметрические методы*

11. Сущность, значение, достоинства и ограничения гравиметрических методов. Осаждаемая и весовая формы, требования, предъявляемые к ним. Важнейшие неорганические и органические осадители. Гравиметрический фактор. Расчеты в гравиметрии.

### *2.1.3. Титриметрические методы*

12. Сущность титриметрических методов анализа. Основные закономерности. Первичные и вторичные стандарты. Виды титрования (прямое, обратное, косвенное). Метод пипетирования и отдельных навесок. Кривые титрования. Точка эквивалентности, конечная точка титрования.

13. Кислотно-основное титрование в водных средах. Кривые титрования для одно- и многоосновных систем. Понятие об индикаторах и их выбор. Граничные условия и возможности кислотно-основного титрования. Особенности титрования в органических и смешанных растворах.

14. Окислительно-восстановительное титрование. Первичные и вторичные стандартные растворы. Кривые титрования. Индикаторы. Предварительное окисление и восстановление определяемых соединений. Краткая характеристика различных методов: перманганометрии, дихроматометрии, иодометрии, цериметрии, броматометрии.

15. Комплексометрическое титрование. Использование аминополикарбоновых кислот в комплексометрии. Комплексоны II и III – как титранты. Особенности комплексообразования. Важнейшие универсальные и специфические металлохромные индикаторы. Сущность комплексометрического титрования. Практическое использование.

16. Осадительное титрование. Условия протекания титрования, его сущность. Кривые титрования. Методы индикации конечной точки титрования. Индикаторы в осадительном титровании.

### *2.1.4. Электрохимические методы*

17. Основные процессы, протекающие на электродах в электрохимической ячейке. Поляризационная кривая. Классификация методов.

18. Потенциометрия. Равновесные электрохимические системы и их характеристики. Ионметрия: возможности метода и ограничения. Типы ионселективных электродов и их характеристики. Потенциометрическое титрование с неполяризованными и поляризованными электродами.

19. Кулонометрия. Прямая потенциостатическая и гальваностатическая кулонометрия. Кулонометрическое титрование, его аналитические возможности и преимущества.

20. Вольтамперометрия и полярография. Вольтамперометрия органических и неорганических соединений. Метрологические характеристики различных вариантов вольтамперометрии, возможности и ограничения методов. Инверсионная вольтамперометрия и ее применение в анализе. Прямые и косвенные вольтамперометрические методы.

21. Кондуктометрия. Принцип метода и его использование в аналитической практике.

## **2.2. Физические методы**

### *2.2.1. Методы атомной оптической спектроскопии. Теоретические основы*

22. Атомные спектры эмиссии, поглощения и флуоресценции. Резонансное поглощение. Самопоглощение, ионизация. Аналитические линии. Зависимость аналитического сигнала от концентрации.

23. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Возбуждение проб в пламени, в дуговом и искровом разрядах. Индуктивно связанная плазма. Регистрация спектра. Идентификация и определение элементов по эмиссионным спектрам. Физические и химические помехи. Внутренний стандарт. Подавление мешающих влияний матрицы и сопутствующих элементов. Примеры использования.

24. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Сущность метода. Источники излучения. Пламенная атомизация. Характеристики пламен и их выбор. Электротермическая атомизация. Типы электротермических атомизаторов. Способы подготовки пробы. Помехи: химические и физические. Чувствительность и селективность. Примеры использования.

25. Атомно-флуоресцентная спектроскопия. Принцип метода. Способы возбуждения атомов (УФ излучение, лазер). Взаимное влияние элементов и устранение этих влияний. Практическое применение.

#### *2.2.2. Методы молекулярной оптической спектроскопии.*

26. Молекулярные спектры поглощения, испускания. Основные законы светопоглощения и испускания. Рассеяние света. Поляризация и оптическая активность. Способы измерения аналитического сигнала.

27. Спектрофотометрия. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Способы определения концентрации веществ. Анализ многокомпонентных систем. Достоинства и ограничения методов. Практическое применение.

28. Люминесцентные методы. Виды люминесценции. Основные закономерности молекулярной люминесценции. Качественный и количественный анализ.

29. ИК и КР спектроскопия. Колебательные и вращательные спектры. Качественный и количественный анализ. Особенности анализа проб в различном агрегатном состоянии.

30. Поляриметрия. Принципы метода и области применения?

#### *2.2.3. Методы масс-спектрометрии*

31. Способы масс-спектрального анализа, регистрация и интерпретация спектров. Качественный и количественный анализ. Хромато-масс-спектрометрия. Методы ионизации органических соединений. Типы масс-спектрометрических детекторов.

### **2.3. Биологические методы**

32. Сущность методов, их преимущества и ограничения. Специфика биологических методов анализа. Индикаторные организмы, их типы. Аналитический сигнал и способы его регистрации. Определение физиологически неактивных соединений (химико-биологические методы). Метрологические характеристики. Области применения.

### **2.4. Хроматографические методы**

#### *2.4.1. Теоретические основы*

33. Основные понятия. Параметры удерживания. Эффективность, селективность, разрешение пиков. Теория теоретических тарелок. Кинетическая теория. Уравнение Ван-Деемтера. Классификация хроматографических методов. Количественный анализ. Двумерная хроматография.

#### *2.4.2. Газовая хроматография. Газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография*

34. Сущность метода. Изотермы адсорбции. Требования к газам-носителям и адсорбентам. Примеры используемых адсорбентов. Химическое и адсорбционное модифицирование поверхности адсорбента. Влияние температуры на удерживание и разделение. Газовая хроматография с программированным подъемом температуры. Детекторы. Примеры применения.

35. Газо-жидкостная хроматография. Принцип метода. Объекты исследования. Требования к носителям и неподвижным жидким фазам. Влияние природы жидкой фазы и разделяемых веществ на эффективность разделения.

36. Высокоэффективная капиллярная газовая хроматография. Сущность метода. Реакционная газовая хроматография. Применение для идентификации веществ, для анализа сложных смесей, объектов окружающей среды.

#### *2.4.3. Жидкостная хроматография.*

37. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Сущность метода. Требования к

адсорбентам и подвижной фазе. Элюирующая сила подвижных фаз. Колонки для ВЭЖХ, конструкционные особенности, оценка качества. Физико-химические взаимодействия в хроматографической системе. Влияние природы и состава элюента на эффективность разделения. Механизмы удерживания: нормально-фазовый, обращенно-фазовый, гидрофильный. Выбор условий разделения. Детекторы. Применение для анализа сложных смесей.

38. Хиральная жидкостная хроматография. Гель-проникающая жидкостная хроматография. Сущность и основы методов.

39. Ионообменная хроматография. Неорганические и органические ионообменники и их свойства. Комплексообразующие ионообменники. Кинетика и селективность ионного обмена. Влияние природы и состава элюента на селективность разделения веществ. Примеры применения.

40. Ионная хроматография. Особенности метода. Двухколоночный и одноколоночный варианты метода. Сорбенты. Детекторы. Примеры применения.

41. Тонкослойная хроматография. Параметры ТСХ. Адсорбенты и пластины. Нанесение пробы. Способы проведения ТСХ. Идентификация. Количественный анализ. Сущность метода и области применения.

### ***2.5. Другие методы разделения и концентрирования***

42. Процессы и реакции, лежащие в основе методов. Термодинамические и кинетические характеристики разделения и концентрирования. Классификация методов. Сочетание разделения и концентрирования с методами определения. Принципы выбора метода.

43. Сорбционные методы. Классификация по механизму взаимодействия вещества с сорбентом, способу осуществления процесса, геометрическим признакам неподвижной фазы. Количественное описание сорбционных процессов. Сорбенты.

44. Экстракция. Сущность метода. Закон распределения. Основные количественные характеристики. Классификация экстракционных процессов по типу используемого экстрагента, типу образующихся соединений, технике осуществления. Основные типы соединений, используемых в экстракции. Классы экстрагентов.

## **3. Метрология и хемотрика**

### ***3.1. Метрологические основы химического анализа***

45. Аналитический сигнал. Результат анализа как случайная величина. Основные виды погрешностей, способы их классификации, основные источники погрешностей. Систематические погрешности в химическом анализе. Правильность и способы проверки правильности. Законы сложения погрешностей. Релятивизация, контрольный опыт. Рандомизация.

46. Случайные погрешности в химическом анализе. Генеральная и выборочная совокупности результатов химического анализа. Закон нормального распределения результатов анализа, его проверка. Распределение Пуассона. Статистика малых выборок. Воспроизводимость. Статистические критерии: математическое ожидание (генеральное среднее) и генеральная дисперсия случайной величины, выборочное среднее, дисперсия, стандартное отклонение, доверительная вероятность и доверительный интервал. Сравнение двух (критерий Фишера) и нескольких (критерии Бартлера, Кокрена) дисперсий. Сравнение двух (критерий Стьюдента) и нескольких (критерий Фишера) средних результатов химического анализа.

47. Чувствительность. Коэффициент чувствительности. Предел обнаружения, нижняя граница определяемых содержаний, их статистическая оценка. Погрешности отдельных стадий анализа и конечного результата. Применение дисперсионного анализа для оценки погрешностей отдельных стадий и операций химического анализа. Проверка значимости

выборочного коэффициента корреляции. Использование корреляционного анализа для проверки независимости двух аналитических методик. Применение регрессионного анализа для построения градуировочных зависимостей. Нахождение содержания вещества по градуировочной зависимости, статистическая оценка результата. Стандартные образцы. Аттестация и стандартизация методик.

### *3.2. Компьютерные методы в аналитической химии*

48. Пути использования ЭВМ в аналитической химии. Многомерные данные в химическом анализе. Первичная обработка данных. Коррелированные данные; понятие об анализе главных компонентов (факторном анализе). Многомерные регрессия и градуировка. Понятие о методах классификации и распознавании образов, кластерном анализе. Построение и использование градуировочных зависимостей. Фурье-преобразование, его использование для фильтрации шумов и снижения пределов обнаружения. Расчеты химических равновесий.

## **4. Анализ конкретных объектов**

### *4.1. Аналитический цикл и стадии анализа*

49. Выбор метода и схемы анализа, отбор пробы, подготовка пробы (разложение, разделение, концентрирование и другие операции), получение аналитической формы, измерение аналитического сигнала, обработка результатов измерений.

### *4.2. Пробоотбор и пробоподготовка*

50. Представительность пробы. Отбор проб гомогенного и гетерогенного состава; средних проб твердых, жидких и газообразных веществ. Основные операции перевода пробы в форму, удобную для анализа.

51. Наиболее значимые объекты анализа. Органические вещества (природные и синтетические, элементоорганические, полимеры, продукты нефтепереработки, белки, жиры, углеводы, пестициды). Биологические и медицинские объекты. Элементный анализ органических веществ. Определение основных компонентов и примесей.

52. Санитарно-гигиенический контроль. Объекты окружающей среды. Основные источники загрязнений и основные загрязнители; методы их определения. Анализ стойких органических загрязнителей. Определение суммарных показателей (ХПК, БПК и др.). Тест-методы.

### ***Основная литература***

1. Основы аналитической химии: В 2 кн.: Кн. 1: Общие вопросы; Методы разделения: Учебник для вузов / Под ред. Золотова Ю.А. Изд. 3-е, перераб., доп. Классический университетский учебник М.: Высшая школа, 2004 -358.
2. Основы аналитической химии: В 2 кн.: Кн. 2: Методы химического анализа: Учебник для вузов / Под ред. Золотова Ю.А.). Изд. 3-е, перераб., доп. Классический университетский учебник М.: Высшая школа, 2004. – 346 с.
3. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа (в 2-х томах) / Под ред. А.А.Ищенко. – М.: Издательский центр «Академия», 2010.
4. Аналитическая химия. Проблемы и подходы (в 2-х томах) / Под ред. Р.Кельнера, Ж.-М.Мерме, М.Отто, Г.М.Видмера. М.: АСТ, 2004.
5. Кристиан Г. Аналитическая химия (в 2-х томах) / М.: Бионом. Лаборатория знаний, 2008.
6. Аналитическая химия (в 3-х томах) / Под ред. Л.Н.Москвина. – М.: Издательский центр «Академия», 2008.- 308, 304 с.
7. Шараф М.А., Иллмен Л., Ковальски Б.Р. Хемометрика / Пер. с англ. Л.: Химия, 1989.
8. Отто М. Современные методы аналитической химии. Т.2. М.: Техносфера, 2004. – 288 с.
9. Сакодынский К.И., Бражников В.В., Волков С.А., Зевельский В.Ю., Ганкина Э.С., Шатц

- В.Д.. Аналитическая хроматография. М.:Химия, 1993. – 464 с.
10. Сычев К.С. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. Техносфера. 2010. – 272 с.

#### *Дополнительная литература*

1. Хенце Г. Полярография и вольтамперометрия. М.: Бионом. Лаборатория знаний, 2011.- 284 с.
2. Будников Г.К., Евтюгин Г.А., Майстренко В.Н. Модифицированные электроды для вольтамперометрии в химии, биологии и медицине. М.: Бионом. Лаборатория знаний, 2009.- 416 с.
3. Пентин Ю.А., Курамшина Г.М. Основы молекулярной спектроскопии. М.: Бионом. Лаборатория знаний, 2008.- 398 с.
4. Шмидт В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. М.: Техносфера, 2007.-368 с.
5. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. М.: Техносфера, 2009. 472 с.
6. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии / Пер. с англ. В 2 т. М.: Мир, 1979.
7. Гольдберг К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. М.: Химия, 1990.
8. Перес-Бендито Д., Сильва М. Кинетические методы в аналитической химии. М.: Мир, 1991.
9. Хмельницкий Р.А., Бродский Е.С. Хромато-масс-спектрометрия. М.: Химия, 1983.
10. Другов Ю.С., Зенкевич И.Г., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2005. – 752 с.

#### *Интернет-ресурсы*

1. <http://www.novedu.ru/> Аналитическая химия. Статьи, методики, справочники.
2. <http://www.anchem.ru/> Российский химико-аналитический портал.